

超高周波超音波によるガラスの音響特性の計測法に関する研究

著者	魏 廷 存
号	2276
発行年	1998
URL	http://hdl.handle.net/10097/7549

ぎ てい ぞん	
氏 名	魏 廷 存
授 与 学 位	博士（工学）
学 位 授 与 年 月 日	平成11年3月25日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第1項
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科（博士課程）電気・通信工学専攻
学 位 論 文 題 目	超高周波超音波によるガラスの音響特性の計測法に関する研究
指 導 教 官	東北大学教授 櫛引 淳一
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 櫛引 淳一 東北大学教授 山之内和彦 東北大学教授 中村 僖良

論 文 内 容 要 旨

第1章 緒論

純粋な石英ガラスや添加物を含んだ石英系ガラスは、光通信用光ファイバやプレーナ光波回路の導波路材料として広く用いられている。石英系ガラス及び光導波路には、その作製プロセスにおいて、添加物の不均一分布、金属元素やOH基、残留塩素などの微量な不純物、さらに密度揺らぎや粒子痕跡、脈理などの微視的な不均一、また残留応力や気泡などの欠陥が生じ、これらはガラスや光導波路の物理的・化学的特性に多くの影響を与える。よって、高品質かつ信頼性の高いガラス材料や光導波路を作製するためには、最適な作製プロセス・条件を開発・確立することが極めて重要である。このため、高精度なガラス材料の特性解析・評価法の開発が望まれている。

直線集束ビーム（Line-Focus-Beam: LFB）超音波顕微鏡は、水/固体試料境界を伝搬する漏洩弾性表面波（Leaky Surface Acoustic Wave: LSAW）の伝搬特性（速度・減衰）を微小領域において異方性も含め、非破壊・非接触的に高精度に測定することができる。これまで、LFB 超音波顕微鏡による評価法は様々なガラス材料や光導波路に適用され、その有用性が示されている。しかしながら、超高周波超音波技術は広く普及されているとはいえず、VHF帯の超音波によるガラスの評価の研究は十分行われていない。ガラス材料の評価への応用を広げるためには、LSAW伝搬特性だけでなく、バルク音響特性も重要であると考えられる。本研究は、超高周波超音波によるガラス材料や光導波路の特性解析法及びその作製プロセスの評価法の基礎を確立することを目指して行なったものである。特に、本研究では、「VHF帯の音響特性によるガラスの評価法」、

「超音波による石英ガラスの作製プロセスの評価」、「超音波による光導波路の空間的特性解析法」に重点をおいて検討を進めた。

第2章 石英系ガラスについて

本章では、超音波によるガラス材料の評価の準備を行なった。まず、石英系ガラスの化学構造及びその作製プロセスと音響特性の関わりについて文献に基づいて述べた。石英系ガラスの音響特性は、添加物や作製プロセスにおいて生じた不純物、不均一、欠陥及び熱履歴による影響を反映している。よって、これらの影響による音響特性の変化を把握することが重要である。次に、ガラスの光学特性及び化学組成の従来の評価法について概述した上、超音波によるガラスの評価の有用性を述べた。

第3章 VHF帯におけるガラスの音響特性の測定

本章では、VHF帯におけるガラスの音響特性の高精度な測定法について述べた。まず、基本的な粘弾性モデルであるVoigtモデルに基づいて、等方性均質固体中におけるバルク超音波の伝搬特性（速度・減衰）を理論的に検討し、これらと密度、弾性定数及び粘性係数の関係について述べた。超音波周波数や粘性の増加に伴い、減衰係数が大きくなると共に、音速に顕著な分散性が現われることを示した。また、水／等方性均質固体境界を伝搬するLSAWの伝搬特性について述べた。次に、バルク音響特性の測定原理を述べ、回折及び試料の平行度の測定精度への影響について検討した。測定における回折の影響がA. O. Williamsの近似式を用いた数値計算により、よく補正できることを示した。また、本研究で用いた試料の平行度は 10° 以内であるため、その影響が無視できることを示した。最後に、LFB超音波顕微鏡によるLSAW伝搬特性の測定原理、及び横波音速の推定法について述べた。

第4章 VHF帯の音響特性による石英系ガラスの評価

本章では、VHF帯の音響特性による石英系ガラスの超音波評価を行なった。添加物として B_2O_3 、 Al_2O_3 、 Na_2O 、 PbO 、 TiO_2 などの酸化物を含む11種類の市販石英系ガラスを取り上げ、VHF帯においてバルク音響特性の周波数依存性や温度依存性、密度及びLSAW伝搬特性を測定し、添加物による顕著な音響特性の変化を捉え、その変化の傾向を明らかにした。

測定結果の一例として縦波減衰係数の周波数依存性を図1に示す。純粋な石英ガラス（ SiO_2 ）と比べると、添加物として TiO_2 を含んだC7971以外は減衰係数がかなり大きくなるという結果が得られた。また、 SiO_2 では周波数の2乗に比例するが、それ以外は、そのべき乗はいずれも2より小さくなった。また、縦波音速、密度、弾性定数の温度係数及びLSAW伝搬特性の全てについて、添加物の種類や濃度の違いによる音響特性の顕著な変化が捉えられた。さらに、損失の大きいガラスの縦波音速に顕著な分散性が観測された。

これらの音響特性の変化は、主に試料の化学組成の相違を反映しており、ガラス材料や光導波路の特性解析評価において重要な役割を果たすことが期待される。

第5章 超音波による石英ガラスの作製プロセスの評価

本章では、超音波による石英ガラスの作製プロセスの評価を目指して、基礎的な検討を行なった。作製方法・条件が異なる8種類の市販石英ガラスを取り上げ、その音響特性を測定し、作製プロセスにおいて混入するOH基や残留塩素などのわずかな不純物による音響特性の変化を明確に捉えられることを示した。

OH基含有量が約200ppm以下の場合、音響特性に顕著な変化はないが、それ以上増大すると、音速、密度及び弾性定数が低下し、温度係数が増大する。図2に弾性定数 C_{11} と C_{44} のOH基含有量依存性を示す。ここで、OH基含有量が最小であるED-BとED-Cを比較すると、 C_{11} についてはED-Cの方が0.096%大きい、逆に C_{44} についてはED-Cの方が0.59%とかなり小さくなっている。これはED-Cの作製プロセスにおいて混入した残留塩素による影響と考える。測定したLSAW速度の変化から推定した塩素濃度は1300ppmであり、蛍光X線分析法による測定値(1500ppm)とよく一致した。これより、残留塩素は C_{44} には大きな変化を与えるが、 C_{11} には顕著な変化を生じさせないことが分かった。また、音速の変化は主に弾性定数の変化に起因することを明らかにした。これらの音響特性の変化は、作製プロセス・条件の相違により生じる石英ガラスのわずかな組成の変化を反映しており、作製プロセスの管理や制御、改良の上で重要な情報になると考える。

第6章 フッ素をドーピングした光ファイバー・プリフォームの超音波評価

本章では、フッ素をドーピングした光ファイバー・プリフォームの超音波評価を行なった。まず、その基礎データとしてVAD法により作製されたフッ素ドーピング量の異なる4種類の石英ガラスに対して、バルク音響特性のフッ素濃度依存性及び温度依存性を測定し、理論計算によりLSAW速度のフッ素濃度依存性を -1.3×10^2 (m/s)/wt%と求めた。また、LSAW速度を絶対校正するための標準試料を作製した。フッ素濃度の増加に対して密度、音速、弾性定数及び屈折率は直線的に低下し、音速の変化は主に弾性定数の変化に起因することを明らかにした。

次に、コア部が純粋な石英ガラスで、クラッド部にフッ素がドーピングされた光ファイバー・プリフォームに対してLFB超音波顕微鏡による評価を行った。径方向において超音波周波数225MHzで、0.2mm毎に測定したLSAW速度の分布を図3に示す。コア部(-2.4~2.4mm)におけるLSAW速度はクラッド部より大きく、その最大差は115m/sである。光導波路部(-11.4~11.4mm)の周りには構造的クラッドが堆積されており、その境界(± 11.4 mm)が明確に捉えられている。また、光導波路のコア部とクラッド部において顕著なLSAW速度の分布が観測された。これは、フッ素濃度の不均一分布や、プリフォームの作製プロセスにおいて混入した残留塩素によるものと考えられる。そこで、LSAW速度のフッ素及び塩素濃度依存性を用いてこの分布を検討した。コア部における分布が残留塩素によるものと仮定すると、その分布は0.57wt%と推定される。また、クラッド部における分布がフッ素または残留塩素の分布によるものと仮定すると、それぞれ0.05wt%、0.1wt%と推定される。これらより添加物の不均一性や、残留不純物による影響をLSAW速度の変化として高精度に検出できる可能性を示した。今後、化学組成分布や屈折率プロファイルなど他の解析法から得られる特性と、さらに詳細に比較、検討することにより、LFB超音波顕微鏡による光ファイバー・プリフォームの評価法が確立されようとする。

第7章 結論

本研究で得られた成果は、ガラス材料及び光導波路の特性解析及びその作製プロセスの評価法の基礎になると考える。今後の超長距離・大容量光通信システムの構築においてだけでなく、現在開発の進められているプレーナ光波回路においても、より高品質、高信頼性の光導波路が要求され、その作製プロセスを一層向上させることが急務である。本研究結果が、その一助となれば幸いである。

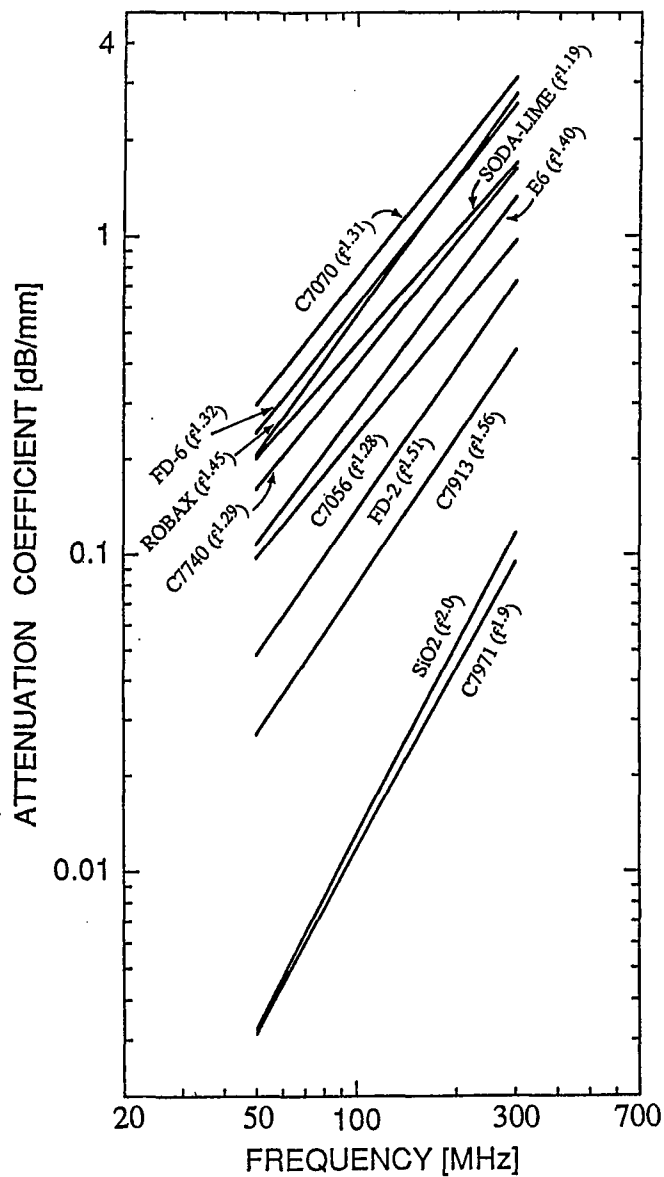


図1 縦波減衰係数の周波数依存性 (23°C)

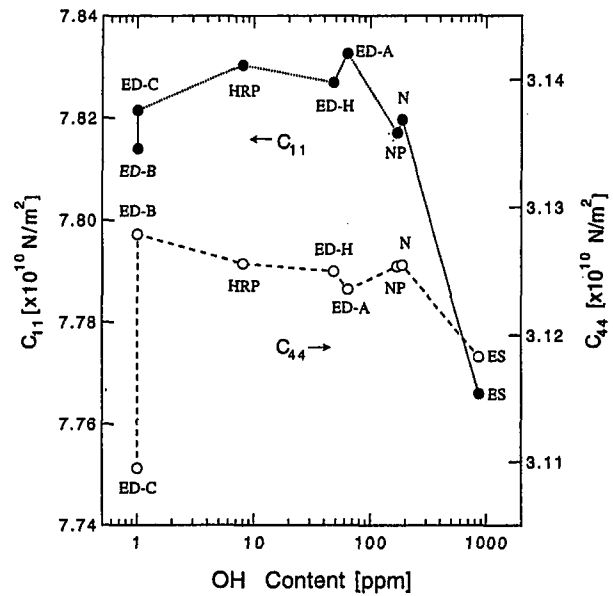


図2 弾性定数 C_{11} 、 C_{44} のOH基含有量依存性 (23°C)

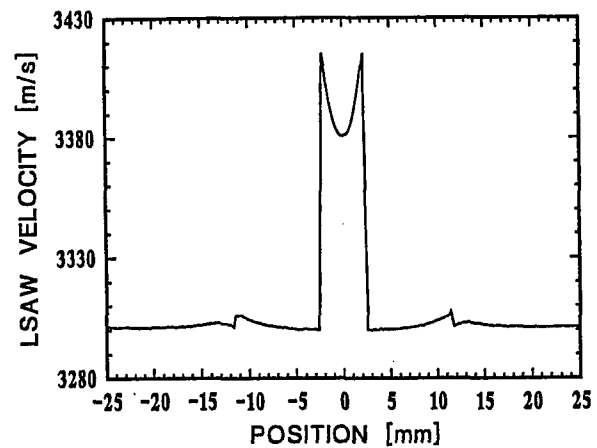


図3 光ファイバー・プリフォームの径方向におけるLSAW速度分布

審査結果の要旨

超高周波帯の集束超音波や平面超音波を使用した超音波マイクロスペクトロスコーピー（UMS）技術は物質の音響特性を高精度で測定できるために、新しい材料評価の観点から注目され、その応用が開発されている。著者は石英系ガラス材料や光導波路の特性解析法およびその作製プロセスの評価法としてUMS技術を適用し、その基礎を確立することを目指して研究を行った。本論文はその成果をまとめたもので、全編7章よりなる。

第1章は緒論で、本研究の背景を述べ、研究の目的を明示している。

第2章では、まず、石英系ガラス材料の特性評価に超高周波超音波技術を適用するにあたっての基礎知識として、石英系ガラスの化学構造と製造方法、さらに音響特性との関わりについての概要を述べている。

第3章では、超高周波超音波におけるガラスの音響特性の計測法とそのシステムについて詳述している。まず、粘弾性モデルに基づいて、等方均質固体中のバルク超音波の伝搬特性（音速と減衰係数）を理論的に検討し、弾性定数、粘性定数、密度、周波数との関係を明らかにしている。また、水を負荷したガラス表面を伝搬する漏洩弾性表面波（LSAW）の伝搬特性を検討し、バルク音響特性との関係を示している。さらに、UMSシステムによる精密測定にあたっての測定技術、測定環境、試料などに関する技術的問題点について検討している。

第4章では、11種類の市販石英系ガラスを取り上げて、超音波による材料特性評価の可能性を確かめるために行った基礎実験について詳述している。縦波の音速と減衰係数の周波数依存性、温度依存性、および密度、さらにLSAW伝搬特性を測定し、それらの音響特性の添加物の種類と濃度に対する依存性を明らかにしている。これらは超音波計測による材料評価の可能性を実証したもので、重要な成果である。

第5章では、石英ガラスの製造プロセスの超音波評価を目指して、基礎的な検討を行なった結果について述べている。製造方法・条件の異なる8種類の市販の熔融・合成石英ガラスを取り上げ、そのバルク波（縦波・横波）とLSAWによる音響特性を測定し、製造プロセスにおいて混入したOH基や残留塩素などの不純物による音響特性の変化を明確に捉えることに初めて成功している。これらは高く評価される。

第6章では、フッ素をドーピングした光ファイバー・プリフォームの超音波評価について検討している。まず、フッ素ドーピング量の異なる4種類のバルク石英ガラスに対して、前章と同様に音響特性のフッ素濃度依存性を測定し、バルク波速度とLSAW速度のフッ素濃度に対する検量線を作成している。フッ素濃度の増加に対して音速、密度、および弾性率が直線的に低下し、音速の低下は主に弾性率の低下に起因していることを明らかにしている。次に、光ファイバー・プリフォームの径方向におけるLSAW速度の分布を測定し、光学特性（屈折率）の分布と比較検討している。その結果、フッ素と残留塩素の濃度分布がLSAW速度の変化として、より高感度に検出されることが示されている。

第7章は、結論である。

以上要するに本論文は、UMS技術がガラス材料特性の評価法としてのみならずその製造プロセスの評価法としても有用であることを実証し、超高周波超音波による石英系ガラス材料の基礎音響特性の計測法を確立したもので、超音波計測工学、電気電子材料工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。